PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

03-115578

(43) Date of publication of application: 16.05.1991

(51)Int.Cl.

C23C	16/50
B01J	2/00
B01J	2/16
B01J	19/08
B22F	1/02
CO1B	21/06
CO1B	21/068
CO1B	21/082
CO1B	31/36
CO4B	35/00
CO4B	35/56
CO4B	35/58
C23C	16/32
C23C	16/34

(21)Application number : **01-253173**

(71)Applicant : MITSUBISHI HEAVY IND LTD

(22)Date of filing:

28.09.1989

(72)Inventor: NOTOMI HIROSHI

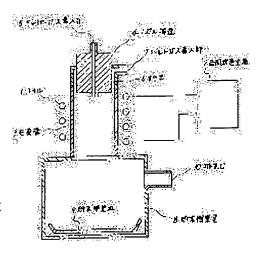
TSUNODA HIDEO TAKEDA YASUYUKI

KODAMA KATSU

(54) METHOD FOR COATING POWDER PARTICLE

(57)Abstract:

PURPOSE: To efficiently coat powder particles with the compd. of the metal of a metal halide and nitrogen element by supplying metal halide vapor and gaseous nitrogen into a heat resistant tube generated by plasma and further supplying the powder particles thereto. CONSTITUTION: Gaseous Ar is supplied from a shielding gas introducing part 7 and a carrier gas introducing hole 5 into a quartz tube 3 and is filled thereon. The plasma is generated by the operation of a high-frequency generator 2 and a high-frequency output is increased. Cooling water is circulated to the quartz tube 3 and a nozzle structure 4. While H2 is supplied



Searching PAJ Page 2 of 2

from the introducing part 7, the high frequency output is increased and, thereafter, a TiCl4 soln. kept at a prescribed temp. is supplied from the introducing part 7 into the quartz tube 3 by the gaseous Ar. The gaseous N2 is supplied therein as well. SiC powder is supplied from the introducing hole 5 into the quartz tube 3 and is brought into reaction, by which the surface of the SiC powder is coated with TiN. This powder is deposited on a powder capturing tray 9 in a powder capturing chamber 8. The coating of the surface of the SiC powder with the TiN is efficiently executed at the high speed in this way.

⑩日本国特許庁(JP)

① 特許出願公開

⑩公開特許公報(A) 平3-115578

Dint. Cl. 5

庁內整理番号 識別記号

匈公開 平成3年(1991)5月16日

C 23 C B 01 J

8722-4K 6791-4G В 6791-4GX

> 未請求 請求項の数 1 (全4頁) ※ 杏渍求

粉末粒子のコーティング方法 69発明の名称

> OF 頭 平1-253173

顧 平1(1989)9月28日 邻田

長崎県長崎市館の浦町1番1号 三菱重工業株式会社長崎 富 金銭 明 袴 研究所內

長崎県長崎市飽の浦町1番1号 三菱重工業株式会社長崎 뜓 700 兴 者 角 \blacksquare 类 研究所內

長崎県長崎市館の補町1番1号 三菱貫工業株式会社長崎 之 **@** 武 Ð 称 研究所内

投崎県長崎市飽の浦町1番1号 三菱重工業株式会社長崎 党 玉 **個発** 明 研究所内

東京都千代田区丸の内2丁目5番1号 三菱登工業株式会社 ①出 類 人

外1名 弁理士 塚本 正文 例代 理 人

最終質に続く

1. 羟明の名称

粉末粒子のコーティング方位

2. 铸许越浆の範囲

プラズマ発生用のガスが充場された耐熱管を 四緒するコイルに 高短 仮覧旅を遊覧して プラズ マを発生させる第1五程と、上記耐熱管内に会 既ハロゲン化物 黒気を逆化水素ガス、 窒素ガス 又はアンモニアガスのうちの少なくとも1種の ガスを供給する第2工程と、上記耐熱物内に粉 米粒子を供給しそれに上點金属ハロダン化物の 金属と炭素又は窮者のうちの少なくともし種の 元器との化合物をコーティングする祭り工程と よりなることを脅敬とする粉末粒子のコーティ ング方法。

3. 発明の詳細な疑明

(産業上の利用分野)

本発明は粉米粒子のコーチィング方法に関す

(健衆の技術)

Si,N.、SiC, Ad,O,で代表されるセ ラミックスは一般に旋結体として座標上利用さ れるが、これ帯の絶話体を形成する際に、上記 の植物なセラミック粉末を設形、加熱するのろ では、焼結体は形成されないことは同知の耳里

そこで、このような材料を焼貼させるために 終籍期期を證据し、測えはSisNaではYiOi · A t · O · を、S:CではB · C を尋加し、ま たAt, 〇, は旋裆時の結晶粒相火化を抑制する ためにM80を添加し、更にWCを焼船する際 はパインダーとしてCOが一般的に用いられて

このように、粉束粒子の造むは、それぞれ助 親を診加する必要があるので、そのプロセス及 び管理が複雑であり、また動剤を矯加するため に旋結材料本来の特性を描うことが多い。

もこで、連結材料粉末粒子の表面に維粘を促 る動質、艾は焼脂油の特性を向上をせる物 世をコーティングすることが行われている。

特閣平3-115578(2)

将来核子表面のコーティング技術に関しては 沈鶴智CVD法が一部状みられているが、コー ティング速度が遅く根本が悪く、またコーティ ング条件が厳しく来だ実形的ではない。

更に、めっき独もあるが複動態CVD油と関係な欠点がある。

(強明が解決しようとする課題)

本発明は、このような事情に鑑みて提案されたもので、コーティング造成が速く、コーティング造成が速く、コーティング材料の範囲が広い、能率及び適用性に優れた物来粒子のコーティング方法を提供することを目的とする。

(課題を解決するための手段)

そのんのに本発明はブラズマ発生用のガスが た満された耐然等を囲続するコイルに高図改進 後を遺電してブラズマを発生させる第1工程と、 上記耐然等内に金属ハロゲン化物源気と変化水 ガス、意景ガス又はアンモニアガスのうちの 少なくとも1種のガスを供給する第2工程と、 上記録熱管内に初来物子を供給しそれに上記金 隔ハロデン化物の金属と従者又は窒素のうちの 少なくとも1種の元素との化合物をコーティン グする第3工程とよりなることを特徴とする。 (作用)

アラズマ発生用のガスが光機された耐熱質を 関値するコイルに高周被電値を通電してアラズ マを発生させる第1工程により、副熱管内を高 進で活性なプラズマ雰囲気とすることができる。

また、上記財務告内に金銭ハロゲン化物 孫気と 世化水業ガス・ 選挙ガス又は アンモニアガスの うちの少なく とも 1 種のガスを 供給する 第 2 工程により、コーティング 物質を 気体状態で 上記 耐然管内へ供給することができる。

更に、上記耐熱等内に粉束粒子を供給し、それに上記金銭ハロゲン化物の金属と皮索又は窓 素のうちの少なくとも1 様の元素との化合物を コーティングする第3工程により、金銭良化物、 金銭度化物又は仓属設定化物を折末粒子に迅速 にコーティングすることができる。

(发烧例)

本発明の一実施別を図面について設別すると、 第1回経断型図において、1は無関数性変を流 ず堅コイルで、それは無関波を登録された に接続されている。3はコイル)に内押された 石架管で、それは図示資料の二重要決治により 水台されることができる。4は石英管3の上端 部に付設されたノズル構造で、図示省略の市知 水路により水冷される。

5 はノズル構造 (の央部に上下方向に貫殺されたキャリヤーガス導入礼である。 6 は石英葉書 3 の上部の面とノズル構造 6 との間に形成されたすき間、7 はすき間 6 の上端部に 複談されたシールドガス為入部、8 は石英馨 3 の下端に 没統された 運立方体状の 初來 排業室、9 は 粉末構築 立 3 の 準面上部に 接続された 要 気 は 粉末 損 気 室 8 の 指面上部に 接続された 要 気 ロ

このような設定において、まず、第1工組として、シールドガス基人部7に関示省略のガス等級からアルゴンA:モ494/pic の流量で

供給するとともに、キャリヤーガス収入礼名に 図示省時の特別供給装置を介して同じくアルゴンを3 e/min の浪量で供給し、その結圾石英 管3 内にアルゴンガスが充満したのち、高同彼 発生器2を作動してアラズマを免生させ、高明 波出力を30 KWまで上昇させるとともに、石 英音3./ズル構造4に冷却水を頻環する。

次に第2工程として、シールドガス導入 の 7 から水器ドッを 5 を / mla の 放置で供給しなが ら高語被出力を 5 の K W まで上昇させ、ブラズ マが安定したのち、関示皆離の塩化チタン発生 器から 8 の にに侵滅した塩化チタン T i C & e 溶液をアルゴン 3 を / min の 放置 キャリヤー ガ スでシールドガス 議入 部 7 から 同様に 石英管 3 内 に 供給する。

更に強う工程として、粒度が5 p m 以下の状化けい 素 S i C. 効果を図示省略の初来供給装置によってキャリヤーガス事入孔 5 から3 g/wio

特問平3-115578 (3)

211C14 + N + + 2 H + - 211H + 4KC1

の反応が行われ炭化けい常粒子の製団に産化チ タンTiNがコーチィングされたのち、粉末浦 製盤8内の粉末調果配3上に皮化けい素粒子が 唯種する。

そこで、所定量の炭化けい素粉束が精巣でき たならば、塩化チタン溶液、蛋素ガス、水紫ガ スの掛給を停止し、ブラズマの形力を転下させ プラズマ発生を停止し、その後はアルゴンの供 語を停止する。

なお、補集した安化けい業粒子の表面には、 G.]~0.3 μπ原台の設化チタンが観察された。 また、評論する特束を提心せい類の代わりに 食化けい希SiN。とすることもできる。気に、 な化チタンの代わりに密催化けい者 5 1 C 2 c . 宣素の代わりにメタン C H 。 を供給すれば粒子 奥国に炭化けい岩がコーティングできる。そし て、進化チタンTiCsi,アンモニアNB。 を供給することにより変化チタンのコーティン

要するに本発明によれば、ブラズマ発生用の ガスが充満された耐熱管を囲換するコイルに劣 周披健康を通覧してブラズマを発生させる第1 工程と、上記耐熱管内に金属ハロゲン化物落気 と遊れ水布ガス、寝袋ガス又はアンセニアガス のうちの少なくとも1種のガスを供給する頭2 工程と、上記耐熱管内に粉束粒子を供給しそれ に上記金銭ハロゲン化物の金銭と従業又は簡素 のうちの少なくとも1種の元素との化合物をコ ーティングする無る工程とよりなることによう、 コーチェング速度が速く、コーティング材料の 範囲が広い、能串及び適用性に使れた粉末粒子 のコーティング方法を得るから、本勢別は重要 上損めて有益なものである。

4. 関肥の間単な機明

第1回は本会明の一支統例を示す報酬問題で

3 …コイル、2 … 高周波発生器、3 … 石英信、 4…ノズル構造、5…キャリヤーガス導人孔、 6…する間、1…シールドガス導入部、8…粉

の供給速度で石炭膏3内に供給すると、そこで、 グか可能であり、塩化ナタン、蜜素及びメタン CH。を供給すれば炭疽化チタンTICNのコ - ティングも可能である。

> このような方法によれば、粉末粒子の麦面に 金属炭化物、金属窒化物又は金属炭塩化物を能 串的にコーチィングすることができるので、下 記効果が爽せられる。

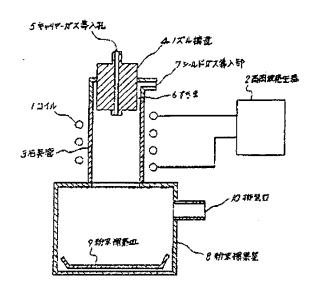
- (i) 粉束粒子のコーティング速度が進いので、 扮来装箱能串が高く、従って焼箱費が低機す
- ② コーティング材料の割約が少ないので、過 用範囲が広く、従って実用性が増加する。
- 四 将来较平の挑結に挑剔動剤を必要としない ので、維持工程が簡単になり、従って含力化 が可能となる。
- on 紡索粒子の焼結に造釉助剤を必要としない ので、挽精体の結晶症の底長が抑制でき、従 って協議体の機械的特性及び耐食性が同上す

(発明の効果)

末補為望、 9 … 扮束構集型、 1 0 … 紧架口、 化进入 外理士 遼 木

特閒平3-115578 (4)

第 / 図



第1頁の続き	<u>k</u>		
®Int, Cl.	В	識別記号	庁內整理發号
B 01 J B 22 F C 01 B	19/08 1/02 21/06 21/068 21/082	K D M U K	6345-4 G 7511-4 K 7508-4 G 7508-4 G 7508-4 G
C 04 B	31/36 35/00 35/56	A B 101 Q 102 R	6345-4 G 8924-4 G 7412-4 G
C 23 C	35/58 16/32 16/34	102 R	7412-4 G 8722-4 K 8722-4 K

Searching PAJ Page 1 of 2

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

03-115578

(43) Date of publication of application: 16.05.1991

(51)Int.Cl.

C23C 16/50 B01J 2/00 B01J 2/16 B01J 19/08 B22F 1/02 C01B 21/06 C01B 21/068 C01B 21/082 C01B 31/36 C04B 35/00 CO4B 35/56 CO4B 35/58 C23C 16/32 C23C 16/34

(21)Application number : **01-253173** (71)Applicant: MITSUBISHI HEAVY IND LTD

(22)Date of filing:

28.09.1989

(72)Inventor: NOTOMI HIROSHI

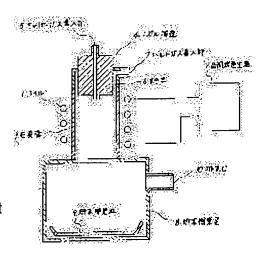
TSUNODA HIDEO TAKEDA YASUYUKI

KODAMA KATSU

(54) METHOD FOR COATING POWDER PARTICLE

(57)Abstract:

PURPOSE: To efficiently coat powder particles with the compd. of the metal of a metal halide and nitrogen element by supplying metal halide vapor and gaseous nitrogen into a heat resistant tube generated by plasma and further supplying the powder particles thereto. CONSTITUTION: Gaseous Ar is supplied from a shielding gas introducing part 7 and a carrier gas introducing hole 5 into a quartz tube 3 and is filled thereon. The plasma is generated by the operation of a high-frequency generator 2 and a high-frequency output is increased. Cooling water is circulated to the quartz tube 3 and a nozzle structure 4. While H2 is supplied



Searching PAJ Page 2 of 2

from the introducing part 7, the high frequency output is increased and, thereafter, a TiCl4 soln. kept at a prescribed temp. is supplied from the introducing part 7 into the quartz tube 3 by the gaseous Ar. The gaseous N2 is supplied therein as well. SiC powder is supplied from the introducing hole 5 into the quartz tube 3 and is brought into reaction, by which the surface of the SiC powder is coated with TiN. This powder is deposited on a powder capturing tray 9 in a powder capturing chamber 8. The coating of the surface of the SiC powder with the TiN is efficiently executed at the high speed in this way.

⑩日本国特許庁(JP)

①特許出願公開

◎ 公 開 特 許 公 報 (A) 平3-115578

③Int. Cl. ⁵ C 23 C 16/50 B 01 J 2/00 2/18 識別記号 庁內整理番号

國公開 平成3年(1991)5月16日

8722-4K 6791-4G 6791-4G **

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

ᡚ発明の名称 粉末粒子のコーテイング方法

②特 页 平1-253173

❷出 頭 平1(1989)9月28日

母発 明 者 納 富 啓 長崎県長崎市館の浦町1番1号 三菱重工業株式会社長崎 研究原内

の発明者 角田 実 雄 長崎県長崎市飽の浦町1番1号 三菱重工業株式会社長崎 研究所内

個発 明 者 武 田 恭 之 長崎県長崎市館の補町1番1号 三菱重工業株式会社長崎 研究所内

@発 明 者 児 玉 党 奨崎県長崎市鮑の浦町1番1号 三菱重工業株式会社長崎 研究所内

⑪出 顧 人 三菱重工業株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目5番1号

倒代 理 人 弁理士 塚本 正文 外1名

最終質に続く

明 福 18

1. 発明の名称

粉末粒子のコーティング方法

2. 特許請求の範囲

でラズマ覧生用のガスが光端された耐熱物を 医病するコイルに 高期 限度と、上記耐熱 なって で の の の が ス が 表 が ス 、 整 生 さ せ る 第 1 工程と、上記耐熱 客 素 が ス ス な アンモニアガスの うちの少なくとも 1 複の の か ス モ 供給する 第 2 工程と、上記 動 無 か の れ な 子 を 供給 し 辛 れ に 上記 金 馬 ハ ロ が ン 化 物 の な な 子 を 供給 し 辛 れ に 上記 金 馬 ハ ロ が ン 化 物 の の か な と め ち で ティング す る 男 3 工程と よ り な る ことを 幹 数 と す る 粉 来 粒 子 の コーティング 方 依。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本類明は粉米粒子のコーティング方核に関す

¥ .

(健衆の技術)

5 i,N 1. Si C. A 4.0 1 で代表されるセラミックスは一般に旅結体として座案上判別されるが、これ等の統結体を形成する際に、上記の結構なセラミック粉末を吸形、配熱するのみでは、挽結体は影成されないことは同知の再製である。

そこで、このような材料を焼粘させるために 続緒助剤を添加し、捌えばSi。NaではY。O。 ・At。O。を、SiCではB.Cを添加し、ま たAt。O。は旋柏時の抽品粒相火化を削削する ためにM8Dを添加し、更にWCを焼給する際 はバインダーとしてCoが一般的に用いられて

このように、粉末粒子の疫苗は、それぞれ助剤を添加する必要があるので、そのプロセス及び管理が填雑であり、また動剤を添加するために抗結材料本来の特性を描うことが多い。

もこで、換結材料粉末粒子の表面に焼物を促 満する物質、艾は凝粒体の特性を向上させる物質をコーチョングすることが行われている。

特閒平3-115578(2)

将来粒子表面のコーティング技術に関しては 流動者CVD性が一部試みられているが、コー ティング速度が遅く提事が悪く、またコーティ ング条件が厳しく来だ実用的ではない。

更に、めっき独もあるが複動態CVD油と関 はな欠点がある。

(発射が解決しようとする課題)

本発明は、このような事例に鑑みて提案されたもので、コーティング速度が速く、コーティング対料の範囲が広い、能率及び適用性に優れた特末粒子のコーティング方法を提供することを目的とする。

(課題を解決するための手段)

そのために、本務明はブラズマ発生用のガスが 光清された耐熱等を囲続するコイルに高別技権 技を通常してブラズマを発生させる第1工程と、 上記耐熱等内に金属ハロゲン化物高気と敗化水 煮ガス、 窒素ガス又はアンモニアガスのうちの 少なくとも1種のガスを供給する第2工程と、 上記耐熱等内に初来数子を供給しそれに上記金

本発明の一実施所を図面について裁別すると、第1回総断回回において、!は高間能量流を流す空コイルで、それは高額波是出籍2と電気的に接続されている。3はコイル!に内持された石英管で、それは図示省時の二萬壁染治により水冷されることができる。4は石英管3の上端部に付扱されたノズル構造で、図示省時の冷却水路により水冷される。

5 はノズル構造 (の央部に上下方的に貫殺されたキャリヤーガス導入礼である。 6 は石英葉 3 の上部内面とノズル構造 6 との間に形成されたすま開、7 はすま間 8 の上端部に接続されたシールドガス導入部、8 は石英質 3 の下端に接続された建立方体状の初末構築室、9 は粉末構築室 3 の煙面に設置された粉末構築皿、1 0 は粉束捕魚室 8 の指面上部に接続された要気に

このような装金において、まず、第 2 工程として、シールドガス基人部 7 に関示省略のガス等級からアルゴンA:モ 4 0 4 /plo の流量で

隔ハロゲン化物の金属と設案又は窒素のうちの 少なくとも1種の元素との化合物をコーティングする第3工程とよりなることを特徴とする。 (作用)

アラズマ発生用のガスが老額された耐熱質を 節視するコイルに高周被電波を通電してアラズ マを発生させる第1工程により、耐熱管内を高 温で密性なアラズマ雰囲気とすることができる。

また、上記財務告内に金銭ハロゲン化物器気と関化水業ガス、 選業ガス又はアンモニアガスのうちの少なくとも1種のガスを退給する第2 工程により、コーティング物質を気体状態で上記耐然管内へ供給することができる。

更に、上記耐熱等内に初来粒子を供給し、それに上記金調ハロゲン化物の金属と皮素又は寒 素のうちの少なくとも1 様の元素との化合物を コーティングする第3工程により、金属炭化物、 金属変化物又は金属炭変化物を新末粒子に迅速 にコーティングすることができる。

(发旌例)

供給するとともに、キャリヤーガス導入孔 5 に 図承省路の特米供給装置を介して同じくアルゴンを 3 ェノmin の流量で供給し、その結構石类 管 3 内にアルゴンガスが東端したのち、高間波 発生器 2 を作動してブラズマを発生させ、高間 波出力を 8 0 KWまで上昇させるとともに、石 美音 3、ノズル構造 4 に冷却水を振環する。

次に第2工程として、シールドガス導入 のでから水器 Fise 5 を / alin の流量で供給しながら高間被出力を 5 0 K Wまで上昇させ、ブラズマが安定したのち、関示省略の塩化チタン発生器から 8 0 でに保護した塩化チタンTiC es 溶液をフルゴン3 を / ain の流量キャリヤーガスでシールドガス源入部でから同様に石英管 3 内には続する。

更に撃ま工程として、粒度か5 P m 以下の従化けい 新 S I C. 結束を図示省略の初東供給装置によってキャリヤーガス導入孔 5 から 3 e / mia

特期平3-115578 (3)

の供給適求で高英書 3 内に供給すると、そこで、 2 TiCl. + N. + 2 H. - 2 TiK + 4 KCl

の反応が行われ炭化けい素粒子の製画に窒化チタンTINがコーチィングされたのち、粉末調製金 8 内の粉末補業配 9 上に皮化けい素粒子が健和する。

をこで、所定量の 以化けい 無 粉 来 が 褐 美 で きた ならば、 事 化 チ タン 治 液 ・ 富 果 ガ ス ・ 水 柔 ガ ス の 供給 を 停止 し 、 ブ ラ ズ マ の 弘 力 を 秘下 さ せ ブ ラ ズ マ 発生 を 停止 し 、 そ の 後 に ア ル ゴ ン の 供 給 を 停止 す る ・

4. 图第四期单次提明

第1 図は本発明の一実施例を示す縦数面図で ある。

1 … コイル、2 … 高月波発生器、3 … 石英雯、4 … ノ ズル構造、3 … キャリヤーガス 導入孔、6 … すき間、7 … シールドガス 導入部、8 … 粉

グか可能であり、塩化チタン、窒素及びメタン CH. を供給すれば炭氧化チタン下ICNのコーティングも可能である。

このような方法によれば、粉末粒子の更而に 金属製化物、金属塩化物又は金属良宜化物を総 串的にコーチィングすることができるので、下 記効果が奏せられる。

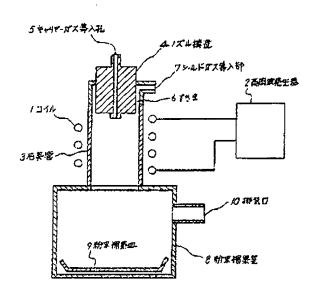
- (i) 粉束粒子のコーチィング速度が違いので、 物実装箱程率が高く、徒って焼結費が延渡する。
- ② コーティング材料の割約が少ないので、過 用範囲が広く、従って実用性が増加する。
- 四 精末粒子の挑結に挑結動剤を必要としない ので、維格工程が簡単になり、従って苦力化 が可能となる。
- (4) 紡束粒子の焼結に連結助剤を必要としない ので、焼結体の結晶粒の放長が抑制でき、従 って偽結体の機械的特性及び耐食性が同上す

(発明の対果)

末精為室、 9 … 奶末褐集製、 1 0 … 研集口、 代理人 弁理士 塚 本 正 文

特閒平3-115578 (4)

第 / 図



第1頁の続き	†			
®Int, Cl.⁵	•	識別記号		庁内整理發导
B 01 J B 22 F C 01 B	19/08 1/02 21/06 21/068 21/082		KDMUK	6345-4 G 7511-4 K 7508-4 G 7508-4 C 7508-4 G
C 04 B	31/36 35/00 35/56	101	A B O	6345-4 G 8924-4 G 7412-4 G
C 23 C	35/58 16/32 16/34	101	Q R	7412-4 G 8722-4 K 8722-4 K